

①⑨ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ Offenlegungsschrift  
⑪ DE 3433957 A1

②① Aktenzeichen: P 34 33 957.4  
②② Anmeldetag: 15. 9. 84  
②③ Offenlegungstag: 27. 3. 86

⑤① Int. Cl. 4:  
**C09 B 29/045**  
C 09 B 29/09  
C 09 B 29/36  
D 06 P 1/04

DE 3433957 A1

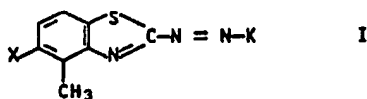
Bestandteil

⑦① Anmelder:  
BASF AG, 6700 Ludwigshafen, DE

⑦② Erfinder:  
Hagen, Helmut, Dr., 6710 Frankenthal, DE; Hansen,  
Günter, Dr., 6700 Ludwigshafen, DE; Ziegler, Hans,  
Dr., 6704 Mutterstadt, DE

⑤④ Benzthiazolazofarbstoffe

Die Erfindung betrifft Verbindungen der allgemeinen  
Formel I



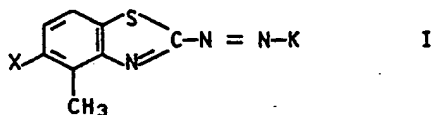
in der  
X Chlor oder Brom und  
K der Rest einer Kupplungskomponente sind.  
Die erfindungsgemäßen Verbindungen eignen sich insbe-  
sondere zum Färben von synthetischen Polyestern.

DE 3433957 A1

Patentansprüche

## 1. Verbindungen der allgemeinen Formel I

05



in der

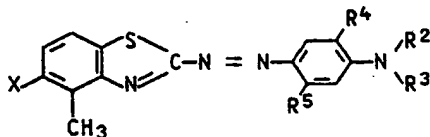
10

X Chlor oder Brom und

K der Rest einer Kupplungskomponente sind.

## 2. Verbindungen gemäß Anspruch 1 der Formel Ia

15



20

in der

R<sup>4</sup> Wasserstoff, Chlor, Methyl, Methoxy oder Ethoxy,R<sup>5</sup> Wasserstoff, Chlor, Methyl, C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkanoylamino, C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkyl-sulfonylamino oder Benzoylamino undR<sup>2</sup> und

25

R<sup>3</sup> unabhängig voneinander gegebenenfalls substituiertes C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkyl, Allyl, Cyclohexyl, Benzyl oder Phenyläthyl sind und

X die angegebene Bedeutung hat.

30

3. Verwendung der Verbindungen gemäß Anspruch 1 zum Färben textiler Fasern.

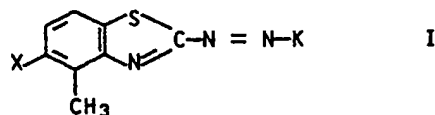
35

465/84 Bg 14.09.1984

Benzthiazolazofarbstoffe

Die Erfindung betrifft Verbindungen der allgemeinen Formel I

05



in der

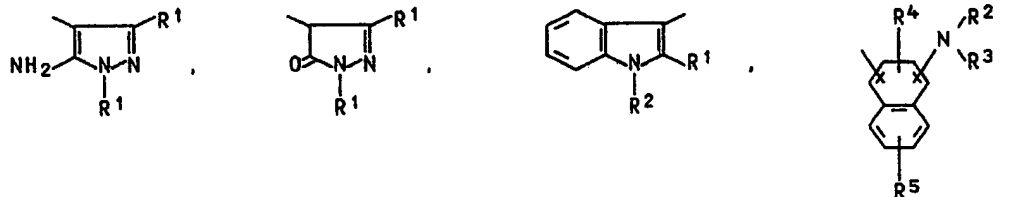
10

X Chlor oder Brom und

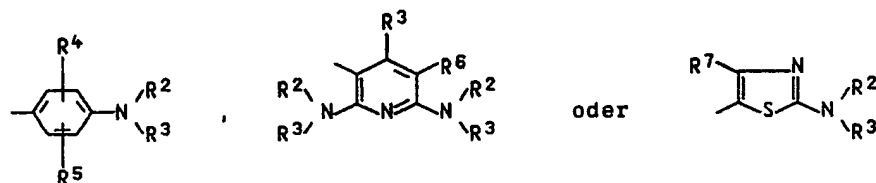
K der Rest einer Kupplungskomponente sind.

Die Kupplungskomponenten K entsprechen z.B. den allgemeinen Formeln

15



20



25

wobei

R<sup>1</sup> Wasserstoff, Alkyl, Aralkyl oder Aryl,

R<sup>2</sup> Wasserstoff oder R<sup>3</sup>,

R<sup>3</sup> gegebenenfalls substituiertes Alkyl, Cycloalkyl, Alkenyl, Aralkyl oder Aryl,

30

R<sup>4</sup>,

R<sup>5</sup> Wasserstoff, Alkyl, Alkoxy, Phenoxy, Halogen, Alkylsulfonylamino, Di-alkylaminosulfonylamino oder Acylamino,

R<sup>6</sup> Cyan, Carbamoyl, Nitro oder Carbalkoxy und

35

R<sup>7</sup> gegebenenfalls substituiertes Phenyl, Thienyl, Alkyl oder Aralkyl sind.

Einzelne Reste R<sup>1</sup> sind neben den bereits genannten beispielsweise Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Benzyl, Phenethyl, Phenyl, o-, m-, p-Tolyl oder o-, m-, p-Chlorphenyl.

- 05 Reste R<sup>3</sup> sind neben den bereits genannten z.B.: C<sub>1</sub>- bis C<sub>6</sub>-Alkylgruppen, die durch Chlor, Brom, Hydroxy, C<sub>1</sub>- bis C<sub>8</sub>-Alkoxy, Phenoxy, Cyan, Carboxy, C<sub>1</sub>- bis C<sub>8</sub>-Alkanoyloxy, Benzoyloxy, o-, m-, p-Methylbenzoyloxy, o-, m-, p-Chlorbenzoyloxy, C<sub>1</sub>- bis C<sub>8</sub>-Alkoxyalkanoyloxy, Phenoxyalkanoyloxy, C<sub>1</sub>- bis C<sub>8</sub>-Alkoxycarbonyloxy, C<sub>1</sub>- bis C<sub>8</sub>-Alkoxyalkoxycarbonyloxy, Benzyloxy-  
10 carbonyloxy, Phenethyloxy carbonyloxy, Phenoxyethoxy carbonyloxy, C<sub>1</sub>- bis C<sub>8</sub>-Alkylaminocarbonyloxy, Cyclohexylaminocarbonyloxy, Phenylaminocarbonyloxy, C<sub>1</sub>- bis C<sub>8</sub>-Alkoxycarbonyl, C<sub>1</sub>- bis C<sub>8</sub>-Alkoxyalkoxy carbonyl, Phenoxy carbonyl, Benzyloxy carbonyl, Phenoxy-C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-alkoxy oder Phenethyloxy carbonyl substituiert sein können sowie Phenyl, Benzyl, Phenethyl oder  
15 Cyclohexyl.

- Einzelne Reste R<sup>3</sup> sind z.B.: Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Pentyl, Hexyl, Allyl, Methallyl, 2-Chlorethyl, 2-Bromethyl, 2-Cyanethyl, 2-Hydroxyethyl, 2-Phenyl-2-hydroxyethyl, 2,3-Dihydroxypropyl, 2-Hydroxypropyl, 2-Hydroxy-  
20 butyl, 2-Hydroxy-3-phenoxypropyl, 2-Hydroxy-3-methoxypropyl, 2-Hydroxy-3-butoxypropyl, 3-Hydroxypropyl, 2-Methoxyethyl, 2-Ethoxyethyl, 2-Propoxyethyl, 2-Butoxyethyl, 2-Phenoxyethyl, 2-Phenoxypropyl, 2-Acetoxyethyl, 2-Propionyloxyethyl, 2-Butyryloxyethyl, 2-Isobutyryloxyethyl, 2-Methoxymethyl carbonyloxyethyl, 2-Ethoxymethyl carbonyloxyethyl, 2-Phenoxy methyl carbonyloxyethyl, 2-Methoxycarbonyloxyethyl, 2-Ethoxycarbonyloxyethyl, 2-Propoxycarbonyloxyethyl, 2-Butoxycarbonyloxyethyl, 2-Phenyl oxy carbonyloxyethyl, 2-Benzyloxy carbonyloxyethyl, 2-Methoxyethoxy carbonyloxyethyl, 2-Ethoxyethoxy carbonyloxyethyl, 2-Propoxyethoxy carbonyloxyethyl, 2-Butoxyethoxy carbonyloxyethyl, 2-Methylaminocarbonyloxyethyl, 2-Ethylaminocarbonyloxyethyl, 2-Propylaminocarbonyloxyethyl, 2-Butylaminocarbonyloxyethyl, 2-Methoxycarbonylethyl, 2-Ethoxycarbonylethyl, 2-Propoxycarbonylethyl, 2-Butoxycarbonylethyl, 2-Phenoxy carbonylethyl, 2-Benzoyloxy carbonylethyl, 2-β-Phenylethoxy carbonylethyl, 2-Methoxyethoxy carbonylethyl, 2-Ethoxyethoxy carbonylethyl, 2-Propoxyethoxy carbonylethyl, 2-Butoxyethoxy carbonylethyl, 2-Phenoxyethoxy carbonylethyl oder 2-Benzoylethyl.  
35

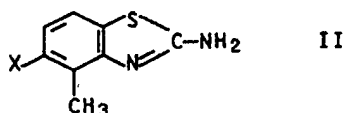
Als Reste R<sup>4</sup> und R<sup>5</sup> kommen beispielsweise Wasserstoff, Methyl, Ethyl, Propyl, Brom, Chlor, Methoxy, Ethoxy, Phenoxy, Benzyloxy, C<sub>1</sub>- bis C<sub>6</sub>-Alkanoylamino, Benzoylamino, sowie C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkylsulfonylamino oder -Di-alkylaminosulfonylamino in Betracht.

05

Reste R<sup>6</sup> sind neben den bereits genannten z.B.: Aminocarbonyl, Methylaminocarbonyl, Dimethylaminocarbonyl, Ethylaminocarbonyl, Diethylaminocarbonyl, Methoxycarbonyl, Ethoxycarbonyl, n- und i-Propoxycarbonyl, n-, i- und sek.-Butoxycarbonyl, Methoxyethoxycarbonyl, Ethoxyethoxycarbonyl, 10 n- und i-Propoxyethoxycarbonyl oder n-, i- und sek.-Butoxyethoxycarbonyl.

Reste R<sup>7</sup> sind beispielsweise durch C<sub>1</sub>- bis C<sub>10</sub>-Alkyl, C<sub>1</sub>- bis C<sub>10</sub>-Alkoxy, Phenoxy, Benzyloxy, Phenyl, Chlor, Brom, Nitro, C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonyl, C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Mono- oder Dialkylamino, C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkoxy-ethoxy, C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>- 15 Alkyl- oder Phenylmercapto, C<sub>1</sub>- bis C<sub>5</sub>-Alkanoylamino, wie Acetylamino, Propionylamino, Butyrylamino oder Valerylamino, ein- oder mehrfach substituiertes Phenyl, C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkyl, C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonylmethyl, Cyanmethyl oder Benzyl.

20 Zur Herstellung der Verbindungen der Formel I kann man eine Diazoniumverbindung des Amins der Formel II



25

mit Kupplungskomponenten der Formel

H-K

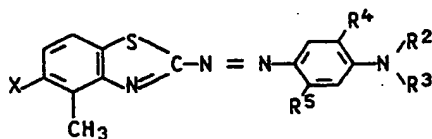
30

in an sich bekannter Weise umsetzen.

Einzelheiten der Umsetzungen können den Beispielen entnommen werden, in denen sich Angaben über Teile und Prozente, sofern nicht anders vermerkt, 35 auf das Gewicht beziehen.

Die Verbindungen der Formel I sind gelb bis blau und eignen sich insbesondere als Dispersionsfarbstoffe für synthetische und halbsynthetische Fasern, z.B. Celluloseester, Polyamide und insbesondere Polyester. Man erhält brillante Färbungen mit guten Echtheiten, von denen die Thermofixier- und Naßecktheiten hervorzuheben sind.

Von besonderer Bedeutung sind Verbindungen der Formel Ia



in der

R<sup>4</sup> Wasserstoff, Chlor, Methyl, Methoxy oder Ethoxy,

R<sup>5</sup> Wasserstoff, Chlor, Methyl, C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkanoylamino, C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkylsulfonylamino oder Benzoylamino und

R<sup>2</sup> und

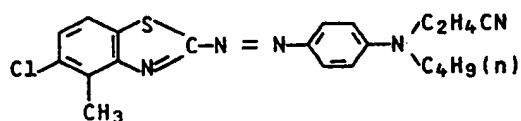
R<sup>3</sup> unabhängig voneinander gegebenenfalls substituiertes C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkyl, Allyl, Cyclohexyl, Benzyl oder Phenyläthyl sind und

X die angegebene Bedeutung hat.

Vorzugsweise ist R<sup>4</sup> Wasserstoff oder Methoxy, R<sup>5</sup> Wasserstoff, Methyl oder Acetylamino und R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> sind unabhängig voneinander gegebenenfalls substituiertes C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkyl oder Allyl.

#### Beispiel 1

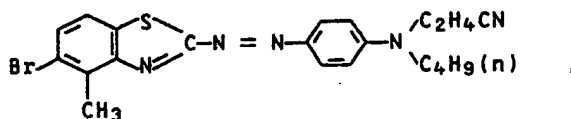
20 Teile 2-Amino-4-methyl-5-chlorbenzthiazol wurden in einem Gemisch von 140 Teilen Eisessig/Propionsäure (17:3) gelöst und bei 0 bis 5 °C im Verlauf einer Stunde mit 32 Teilen Nitrosylschwefelsäure (11,5 % N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) versetzt. Nach vierstündigem Rühren bei 0 bis 5 °C wurde die Mischung zu einer Lösung aus 22,4 Teilen N-Cyanethyl-N-butylanilin, 50 Teilen 30 %iger Salzsäure, 500 Teilen Wasser, 500 Teilen Eis und 1,2 Teilen eines Fettalkoholethoxylats zugegeben. Nach Beendigung der Kupplung wurde die erhaltene Farbstoffsuspension auf 40 °C erwärmt, filtriert, der Filterkuchen mit Wasser neutral gewaschen und bei 60 °C im Vakuum getrocknet. Man erhielt 38 Teile des Farbstoffs der Formel



05 der Polyestergewebe in echten Scharlachtönen färbt.

#### Beispiel 2

Verwendet man anstelle von 20 Teilen 2-Amino-4-methyl-5-chlor-benzthiazol  
25 Teile 2-Amino-4-methyl-5-brom-benzthiazol und verfährt wie in Beispiel  
10 1 beschrieben, so erhält man 41 Teile des Farbstoffs der Formel



15

der Polyester ebenfalls in brillanten Scharlachtönen färbt.

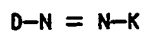
Analog wurden auch die in der folgenden Tabelle durch Diazotierungs- und  
Kupplungskomponenten gekennzeichneten Farbstoffe erhalten.

20

25

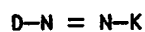
30

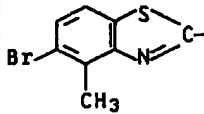
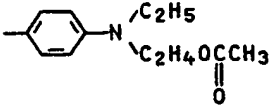
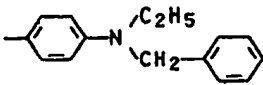
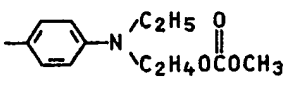
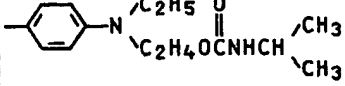
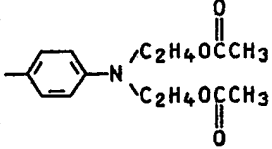
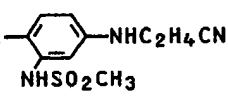
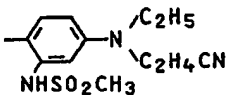
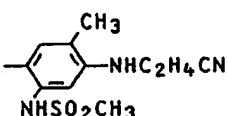
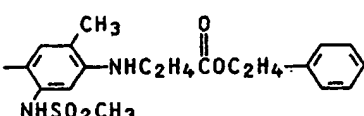
35



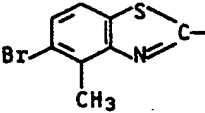
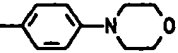
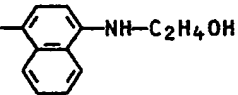
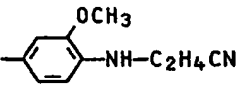
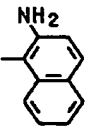
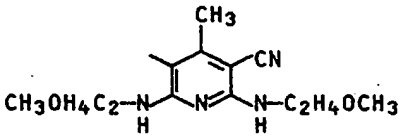
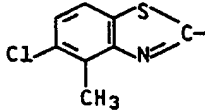
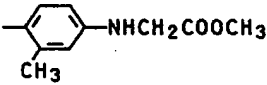
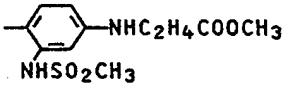
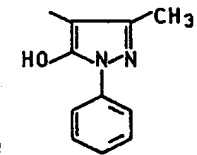
Bsp. Nr.	D	K	Färbung auf Polyester
05	3		scharlach
	4		rot
10	5		scharlach
15	6		rot
	7		violett
20	8		blauviolett
25	9		rotviolett
	10		rot
30	11		rot
35	12		rot

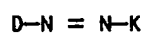




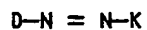
Bsp. Nr.	D	K	Färbung auf Polyester
05	13		rot
	14		rot
10	15		blaustichig rot
15	16		rot
	17		rot
20	18		blaustichig rot
25	19		rot
	20		blaustichig rot
30	21		blaustichig rot
35	22		blaustichig rot



Bsp. Nr.	D	K	Färbung auf Polyester
05 23			rot
24			blaustichig rot
10 25			rot
15 26			rot
20 27			rot
25 28			scharlach
29			blaustichig rot
30 30			gelb



Bsp. Nr.	D	K	Färbung auf Polyester
05 31			orange
10 32			orange
15 33			orange
20 34			orange
25 35			orange
30 36			marineblau



Bsp. Nr.	D	K	Färbung auf Polyester
05 37			violett
10 38			blauviolett
15 39			violett
20 40			marineblau
25 41			rotviolett
30 42			violett
30 43			rotviolett